

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 0 969 009 A2**

*= 1998 DE 114*

(12)

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:  
05.01.2000 Patentblatt 2000/01

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>: **C07F 9/48**

(21) Anmeldenummer: 99110829.1

(22) Anmeldetag: 05.06.1999

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL LT LV MK RO SI**

(72) Erfinder:  
• Hörold, Sebastian, Dr.  
50374 Erftstadt (DE)  
• Weferling, Norbert, Dr.  
50354 Hürth (DE)  
• Breuer, Heinz-Peter  
50354 Hürth (DE)

(30) Priorität: 29.06.1998 DE 19828861

(71) Anmelder: **Clariant GmbH**  
65929 Frankfurt am Main (DE)

**(54) Verfahren zur Herstellung von Phosphonigsäureestern**

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Phosphonigsäureestern, dadurch gekennzeichnet, daß man

- a) elementaren gelben Phosphor mit Alkylhalogeniden in Gegenwart von Alkali- und/oder Erdalkalihydroxiden zu einem Gemisch, welches als Hauptbestandteile die Alkali- und/oder Erdalkalisalze der Alkylphosphonigen, Phosphorigen und Hypophosphorigen Säure enthält, umsetzt
- b) aus dem nach a) erhaltenen Gemisch die Alkylphosphonige Säure entfernt
- c) die Alkylphosphonige Säure verestert.

Die Erfindung betrifft ebenfalls die Verwendung der nach diesem Verfahren hergestellten Phosphonigsäureester.

**EP 0 969 009 A2**

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem Phasen-Transfer-Katalysator um Tetraalkylphosphoniumhalogenide, Triphenylalkylphosphoniumhalogenide oder Tetraorganylammoniumhalogenide handelt. 5
8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur bei der Reaktion -20 bis +60 °C beträgt. 10
9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur 0 bis 30 °C beträgt.
10. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktion unter einem Druck von 0 bis 10 bar durchgeführt wird. 15
11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man den gelben Phosphor in einem Lösungsmittel oder einem Lösungsmittelgemisch suspendiert und dann mit einem Alkylhalogenid und einer Verbindung der Formel MOH oder M'(OH)<sub>2</sub> oder Gemischen davon, in denen M ein Alkalimetall und M' ein Erdalkalimetall bedeutet, umsetzt. 20 25
12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß der gelbe Phosphor und das Alkylhalogenid im molaren Verhältnis von 1:1 bis 1:3 miteinander umgesetzt werden, wobei das molare Verhältnis von gelbem Phosphor zur Verbindung der Formel MOH oder M'(OH)<sub>2</sub> 1:1 bis 1:5 beträgt. 30 35
13. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß im Schritt b) die Alkylphosphonige Säure destillativ entfernt wird. 40
14. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß man im Schritt c) mittels Oxethylierung verestert. 45
15. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß man im Schritt c) direkt durch Umsetzung mit Alkoholen unter Wasserabspaltung verestert 50
16. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei der phosphonigen Säure um Methanphosphonige Säure handelt. 55
17. Verwendung der nach dem Verfahren der Ansprüche 1 bis 16 hergestellten Phosphonigsäureester als reaktive Flammschutzmittel für Polymere.
18. Verwendung der nach dem Verfahren der Ansprüche 1 bis 16 hergestellten Phosphonigsäureester als reaktive Flammschutzmittel für thermoplastische Polymere wie Polyethylenterephthalat, Polybutylenterephthalat oder Polyamid.
19. Verwendung der nach dem Verfahren der Ansprüche 1 bis 16 hergestellten Phosphonigsäureester als reaktive Flammschutzmittel für duroplastische Harze wie ungesättigte Polyesterharze, Epoxidharze, Polyurethane oder Acrylate.
20. Verwendung der nach dem Verfahren der Ansprüche 1 bis 16 hergestellten Phosphonigsäureester als Vorprodukt zur Synthese von phosphorhaltigen Verbindungen.

US 0957746407P1



Creation date: 08-07-2003

Indexing Officer: ~~LINSIXIENGMA - LYANA-INSIXIENGMA~~

Team: OIPEBackFileIndexing *FPLUMMER*

Dossier: 09577464

Legal Date: 20-02-2001

No.	Doccode	Number of pages
1	FOR	14
2	FOR	22
3	NPL	2
4	NPL	4

Total number of pages: 42

Remarks:

Order of re-scan issued on .....

